

BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

COPIE OFFICIELLE

CERTIFIED COPY OF
PRIORITY DOCUMENT

BEST AVAILABLE COPY

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le 27 AOUT 2003

Pour le Directeur général de l'Institut
national de la propriété industrielle
Le Chef du Département des brevets

Martine PLANCHE

DOCUMENT DE PRIORITÉ

PRÉSENTÉ OU TRANSMIS
CONFORMÉMENT À LA
RÈGLE 17.1.a) OU b)

INSTITUT
NATIONAL DE
LA PROPRIÉTÉ
INDUSTRIELLE

SIEGE
26 bis, rue de Saint Petersburg
75800 PARIS cedex 08
Téléphone : 33 (0)1 53 04 53 04
Télécopie : 33 (0)1 53 04 45 23
www.inpi.fr



26 bis, rue de Saint Pétersbourg
75800 Paris Cedex 08
Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 94 86 54

BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ



Code de la propriété intellectuelle - Livre VI

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE 1/2

Important Remplir impérativement la 2ème page.

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 540 W / 190600

REMISE DES PIÈCES DATE 06 SEPT 2002 LIEU 75 INPI PARIS N° D'ENREGISTREMENT 0211046 NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE PAR L'INPI 06 SEP. 2002		1 NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE Jean-Paul KEDINGER (92-1126) CABINET MALEMONT 42, avenue du Président Wilson 75116 PARIS	
Vos références pour ce dossier (facultatif) 7063F			
Confirmation d'un dépôt par télécopie <input type="checkbox"/> N° attribué par l'INPI à la télécopie		2 NATURE DE LA DEMANDE Cochez l'une des 4 cases suivantes	
Demande de brevet		<input checked="" type="checkbox"/>	
Demande de certificat d'utilité		<input type="checkbox"/>	
Demande divisionnaire		<input type="checkbox"/>	
Demande de brevet initiale ou demande de certificat d'utilité initiale		N°	Date
		N°	Date
Transformation d'une demande de brevet européen		<input type="checkbox"/>	Date
Demande de brevet initiale		N°	Date
3 TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum) "Procédé de production de lactose à partir de lactosérum ou d'un perméat résultant de l'ultrafiltration de lactosérum"			
4 DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE		Pays ou organisation Date N° Pays ou organisation Date N° Pays ou organisation Date N°	
<input type="checkbox"/> S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»		<input type="checkbox"/> S'il y a d'autres demandeurs, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»	
5 DEMANDEUR Nom ou dénomination sociale Prénoms Forme juridique N° SIREN Code APE-NAF		APPEXION Société anonyme 264, avenue de la Mauldre 78680 EPONE France Française N° de téléphone (facultatif) N° de télécopie (facultatif) Adresse électronique (facultatif)	

BEST AVAILABLE COPY



BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE 2/2

REMISE DES PIÈCES DATE 6 SEPT 2002 LIEU 75 INPI PARIS N° D'ENREGISTREMENT 0211046 NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI		Réservé à l'INPI	
Vos références pour ce dossier : <i>(facultatif)</i>		7063F	
6 MANDATAIRE			
Nom		KEDINGER (92-1126)	
Prénom		Jean-Paul	
Cabinet ou Société		CABINET MALEMONT	
N° de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel			
Adresse	Rue	42, avenue du Président Wilson	
	Code postal et ville	75116	PARIS
N° de téléphone <i>(facultatif)</i>		01.47.04.68.68	
N° de télécopie <i>(facultatif)</i>		01.47.04.68.99	
Adresse électronique <i>(facultatif)</i>		jp@malemont.com	
7 INVENTEUR (S)			
Les inventeurs sont les demandeurs		<input type="checkbox"/> Oui <input checked="" type="checkbox"/> Non - Dans ce cas fournir une désignation d'inventeur(s) séparée	
8 RAPPORT DE RECHERCHE		Uniquement pour une demande de brevet (y compris division et transformation)	
Établissement immédiat ou établissement différé		<input checked="" type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>	
Paiement échelonné de la redevance		Paiement en deux versements, uniquement pour les personnes physiques <input type="checkbox"/> Oui <input type="checkbox"/> Non	
9 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES		Uniquement pour les personnes physiques <input type="checkbox"/> Requête pour la première fois pour cette invention <i>(joindre un avis de non-imposition)</i> <input type="checkbox"/> Requête antérieurement à ce dépôt <i>(joindre une copie de la décision d'admission pour cette invention ou indiquer sa référence) :</i>	
Si vous avez utilisé l'imprimé «Suite», indiquez le nombre de pages jointes			
10 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire) Jean-Paul KEDINGER (92-1126)		VISA DE LA PRÉFECTURE OU DE L'INPI L. MARIELLO	

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire. Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.

BEST AVAILABLE COPY

La présente invention a pour objet un procédé de production de lactose à partir de lactosérum ou d'un perméat résultant de l'ultrafiltration de lactosérum, ce lactosérum et perméat comprenant des cations monovalents Na^+ et K^+ , des anions monovalents Cl^- , des cations polyvalents Ca^{2+} et Mg^{2+} et des anions polyvalents minéraux tels que des anions phosphate et/ou des anions d'acides organiques aptes à former des complexes avec lesdits cations polyvalents, tels que lactate et citrate.

Dans le cadre d'un tel procédé de production de lactose, il est habituellement envisagé une opération de concentration avant une opération de cristallisation. Cependant, la présence dans le lactosérum ou le perméat d'ultrafiltration de lactosérum de phosphate de calcium et/ou de magnésium est à l'origine de précipitations dans les évaporateurs utilisés pour ladite concentration ; ceci oblige un nettoyage fréquent de ces évaporateurs. En outre, la précipitation de phosphate de calcium et/ou de magnésium durant la cristallisation a un effet néfaste sur cette dernière.

Pour remédier à ces difficultés, il a été proposé dans la technique antérieure de limiter les difficultés rappelées ci-dessus, en ajustant le pH du lactosérum ou du perméat d'ultrafiltration de manière à précipiter du phosphate de calcium et/ou de magnésium puis de séparer le sel précipité par centrifugation.

Cette technique est cependant coûteuse et le rendement de décalcification est limité.

L'idée à la base de la présente invention est de mettre en oeuvre une opération de cristallisation sur un lactosérum ou perméat d'ultrafiltration de lactosérum, traité par des résines échangeuses d'ions pour l'appauvrir en cations polyvalents et éventuellement en anions polyvalents minéraux et/ou anions d'acides organiques voire le débarrasser sensiblement totalement de ces cations et/ou anions, tout en produisant des effluents dont la nature permet la régénération desdites résines sans apport extérieur de produits chimiques.

Ainsi, la présente invention a pour objet un procédé conforme au premier paragraphe de cette description et qui se caractérise en ce qu'il comprend les opérations :

- (a) de substitution d'une partie au moins des cations polyvalents du lactosérum ou perméat par des cations monovalents, pour obtenir un lactosérum ou perméat appauvri en cations polyvalents, et
- 5 (b) de cristallisation de ce dernier lactosérum ou perméat pour obtenir du lactose cristallisé et des eaux-mères enrichies en cations monovalents, cette cristallisation étant précédée, si besoin est, d'une opération de concentration au degré voulu dudit lactosérum ou perméat.

10 L'opération (a) ci-dessus livre un lactosérum ou perméat fortement enrichi en cations monovalents qui ont l'avantage d'avoir aucune incidence néfaste sur l'opération de concentration éventuelle ni sur l'opération (b) de cristallisation ultérieure.

15 Quant à l'opération (b), elle produit du lactose cristallisé et des eaux-mères contenant la très grande majorité des cations monovalents contenus dans le lactosérum ou perméat issu de l'opération (a).

~~Avantageusement, le procédé selon l'invention peut en outre comprendre une opération :~~

- 20 (c) de substitution d'une partie au moins des anions polyvalents minéraux et anions d'acides organiques du lactosérum ou perméat par des anions monovalents non aptes à former des complexes avec les cations polyvalents,
- cette opération (c) étant effectuée simultanément à l'opération (a) ci-dessus ou avant cette opération (a), ce dont il résulte un
- 25 lactosérum ou un perméat appauvris en anions polyvalents minéraux, en anions d'acides organiques et en cations polyvalents.

Il a en effet été constaté qu'un tel remplacement d'une partie au moins des anions aptes à former des complexes avec les cations

30 Ca^{2+} et Mg^{2+} , par des anions monovalents non aptes à former de tels complexes, permettait d'améliorer grandement les rendements de décalcification.

On comprendra que par ce remplacement on détruit plus ou moins lesdits complexes, ce qui augmente la disponibilité des cations

35 polyvalents (Ca^{2+} , Mg^{2+}) qui peuvent de ce fait être remplacés plus facilement par les cations monovalents.

De préférence, le procédé selon l'invention comprend en outre l'opération :

- (d) de chromatographie d'une partie au moins des eaux-mères obtenues lors de l'opération (b) de cristallisation, pour produire une fraction enrichie en lactose et un raffinat enrichi en cations monovalents et éventuellement en anions monovalents.

Selon un mode de réalisation, l'opération (a) de substitution des cations polyvalents comprend de préférence le traitement du lactosérum ou du perméat avec une résine cationique dont le contre-ion est un cation monovalent.

Par ailleurs, l'opération (c) de substitution des anions polyvalents minéraux et anions d'acides organiques comprend de préférence le traitement du lactosérum ou du perméat avec une résine anionique dont le contre-ion est un anion monovalent non apte à former des complexes avec les cations polyvalents.

On précisera que les résines susmentionnées sont de préférence des résines anionique forte et cationique forte.

Par ailleurs, le cation monovalent constituant le contre-ion de la résine cationique est de préférence le cation Na^+ ou K^+ et l'anion monovalent constituant le contre-ion de la résine anionique est de préférence l'anion Cl^- .

Selon une autre caractéristique du procédé selon l'invention, celui-ci peut en outre comprendre l'opération :

- (e) de régénération de la résine cationique et/ou de la résine anionique susmentionnées,

cette régénération étant avantageusement effectuée à l'aide d'une fraction des eaux-mères produites lors de l'opération (b) de cristallisation et/ou à l'aide d'une fraction au moins du raffinat produit lors de l'opération (d) de chromatographie.

On ajoutera que cette régénération peut être effectuée en série ou en parallèle sur la résine anionique et la résine cationique.

On ajoutera encore que suivant la composition ionique du lactosérum ou du perméat, un ajustement du pH du liquide de régénération, notamment desdites eaux-mères, peut être nécessaire pour éviter tout risque de précipitation de phosphate de calcium ou

de magnésium. Ainsi, cet ajustement peut de préférence être effectué au moyen d'acide phosphorique ou d'acide chlorhydrique.

La présente invention est illustrée ci-après, de manière non limitative, par la description d'un exemple de préparation de lactose, faite en référence à la figure unique qui est la représentation schématique d'une installation pour la mise en oeuvre du procédé selon l'invention.

Le produit de départ est dans l'exemple choisi, un perméat obtenu par ultrafiltration d'un lactosérum. Un tel perméat comprend pour l'essentiel du lactose, des acides organiques et des minéraux (en particulier des cations, Na^+ , K^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+} , des anions Cl^- et phosphate et des anions d'acides organiques capables de former des complexes avec les cations Ca^{2+} et Mg^{2+} , tels que citrate et lactate).

Ce perméat est amené par un conduit 1 à l'entrée d'une colonne 2 garnie d'une résine anionique forte (AF), puis de la sortie de cette colonne 2 par un conduit 3 à l'entrée d'une colonne 4 garnie d'une résine cationique forte (CF).

~~La résine cationique forte est sous la forme Na^+ ou K^+ , c'est-à-~~
dire que son contre-ion est l'ion Na^+ ou K^+ ; la résine anionique forte est sous la forme Cl^- , c'est-à-dire que son contre-ion est l'ion Cl^- .

On notera qu'en variante, ces deux résines pourraient être utilisées en mélange, auquel cas une seule colonne serait suffisante.

Lors du passage du perméat sur la résine anionique, il échange ses anions polyvalents minéraux (phosphate) et anions d'acides organiques (lactate, citrate) avec les ions Cl^- de la résine ; lors de son passage sur la résine cationique, il échange ses cations polyvalents (Ca^{2+} , Mg^{2+}) avec les ions Na^+ ou K^+ de la résine.

Le perméat se trouve ainsi débarrassé d'une partie substantielle de ses cations et anions polyvalents minéraux et de ses anions d'acides organiques, lesquels cations et anions ont été remplacés par des cations et anions monovalents ; ce perméat contient donc pour l'essentiel du lactose, des ions Na^+ , K^+ et Cl^- , des cations Ca^{2+} , Mg^{2+} résiduels, des anions phosphate résiduels et des anions d'acides organiques résiduels.

BEST AVAILABLE COPY

La solution aqueuse issue de la colonne 4 est ensuite amenée par un conduit 5 dans une unité d'évaporation 6 dont la fonction est de concentrer ce perméat.

Le perméat concentré issu de l'unité 6 est ensuite amené par un conduit 7 dans une unité de cristallisation 8 où on assiste à la cristallisation de lactose que l'on sépare des eaux-mères.

Ces eaux-mères très riches en ions Na^+ , K^+ et Cl^- peuvent pour leur part être utilisées en totalité ou en partie pour la régénération des résines garnissant respectivement les colonnes 2 et 4 ; cette régénération est de préférence effectuée en parallèle sur ces résines, avec dans ce cas ajout aux eaux-mères d'un appoint de NaCl (voir circuit en traits pointillés sur la figure annexée).

Enfin, en variante, une partie ou la totalité desdites eaux-mères peuvent être amenées par un conduit 9 en tête d'une colonne de chromatographie 10 de laquelle est issu d'une part, une solution aqueuse enrichie en lactose résiduel et d'autre part, un raffinat enrichi en anions et cations monovalents Na^+ , K^+ et Cl^- .

Ce raffinat peut lui également être mis en oeuvre pour la régénération des résines des colonnes 2 et 4 (voir circuit en traits pointillés sur la figure annexée).

Afin de bien montrer l'intérêt du procédé selon la présente invention, celui-ci a été comparé à la technique connue d'adoucissement par précipitation et centrifugation (décantation centrifuge), dans le cadre de la préparation de lactose à partir d'un perméat de lactosérum doux, obtenu par ultrafiltration d'un lactosérum.

Deux variantes ont été utilisées pour le procédé selon l'invention, à savoir :

- utilisation d'une résine cationique seule (IRA 252 de la société américaine Rohm and Haas) = système CF ;
- utilisation d'une résine anionique (IRA 458 de la société américaine Rohm and Haas) suivie en série d'une résine cationique (SR1L Na de la société Rohm and Haas) = système AF - CF.

Pour ces deux variantes, la régénération des résines est réalisée au moyen des eaux-mères de la cristallisation du lactose en respectant les rapports de volume : production de 1 volume d'eaux-

mères à 27 % de matière sèche pour 16 volumes de perméat de lactosérum à 5,7 % de matière sèche.

La composition ionique du perméat est comme suit :

matière sèche %	$\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}$ (méq./l)	$\text{Na}^+ + \text{K}^+$ (méq./l)	PO_4^{3-} (méq./l)	Cl^- (méq./l)
5,7	25	52	38	31

5

Performances des systèmes

	CF	AF-CF	Décantation centrifuge
$\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}$ dans le perméat à traiter (méq./l)	25	25	25
$\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}$ dans l'effluent sortant (méq./l)	4,2	1,2	6,3
% d'élimination de $\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}$	83	95	75
Capacité cationique (éq./lr)	0,60	0,75	

Le perméat ainsi adouci est cristallisé pour produire du lactose
10 cristallisé et des eaux-mères contenant l'essentiel des impuretés
dont les sels à ions monovalents.

Ces eaux-mères ont été clarifiées par décantation et/ou filtration
avant leur utilisation comme régénérant des résines. Leur pH ayant
15 été ajusté à 5, il n'a pas été observé de précipitation dans les
résines.

REVENDEICATIONS

BEST AVAILABLE COPY

1. Procédé de production de lactose à partir de lactosérum ou d'un perméat résultant de l'ultrafiltration de lactosérum, ce lactosérum et perméat comprenant des cations monovalents Na^+ et K^+ , des anions monovalents Cl^- , des cations polyvalents Ca^{2+} et Mg^{2+} et des anions polyvalents minéraux tels que des anions phosphate et/ou des anions d'acides organiques aptes à former des complexes avec lesdits cations polyvalents, tels que lactate et citrate, caractérisé en ce qu'il comprend les opérations :

- 10 (a) de substitution d'une partie au moins desdits cations polyvalents du lactosérum ou perméat par des cations monovalents, pour obtenir un lactosérum ou un perméat appauvri en cations polyvalents, et
- 15 (b) de cristallisation de ce dernier lactosérum ou perméat pour obtenir du lactose cristallisé et des eaux-mères enrichies en cations monovalents, cette cristallisation étant précédée, si besoin est, d'une opération de concentration au degré voulu dudit lactosérum ou perméat.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'il comprend en outre une opération :

- 20 (c) de substitution d'une partie au moins des anions polyvalents minéraux et anions d'acides organiques du lactosérum ou perméat par des anions monovalents non aptes à former des complexes avec les cations polyvalents, cette opération (c) étant effectuée simultanément à l'opération (a) ou avant
- 25 cette opération (a), ce dont il résulte un lactosérum ou un perméat appauvri en anions polyvalents minéraux, en anions d'acides organiques et en cations polyvalents.

3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce qu'il comprend en outre une opération :

- 30 (d) de chromatographie d'une partie au moins des eaux-mères obtenues lors de l'opération (b) de cristallisation, pour produire une fraction enrichie en lactose et un raffinat enrichi en cations monovalents et éventuellement en anions monovalents.
- 35

4. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'opération (a) de substitution des cations polyvalents

comprend le traitement du lactosérum ou perméat avec une résine cationique dont le contre-ion est un cation monovalent.

5. Procédé selon l'une des revendications 2 à 4, caractérisé en ce que l'opération (c) de substitution des anions polyvalents minéraux et anions d'acides organiques comprend le traitement du lactosérum ou perméat avec une résine anionique dont le contre-ion est un anion monovalent non apte à former des complexes avec les cations polyvalents.

6. Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que le cation monovalent constituant le contre-ion de la résine cationique est le cation Na^+ ou K^+ .

7. Procédé selon la revendication 5 ou 6, caractérisé en ce que l'anion monovalent constituant le contre-ion de la résine anionique est l'anion Cl^- .

8. Procédé selon la revendication 4, 5, 6 ou 7, caractérisé en ce qu'il comprend en outre l'opération :

(e) de régénération de la résine cationique et /ou de la résine anionique.

9. Procédé selon la revendication 8, caractérisé en ce que l'opération (e) de régénération est effectuée à l'aide d'une fraction des eaux-mères produites lors de l'opération (b) de cristallisation.

10. Procédé selon la revendication 8 ou 9, caractérisé en ce que l'opération (e) de régénération est effectuée à l'aide du raffinat produit lors de l'opération (d) de chromatographie.

11. Procédé selon l'une quelconque des revendications 8 à 10, caractérisé en ce que l'opération (e) de régénération est effectuée en série ou en parallèle sur la résine anionique et la résine cationique.

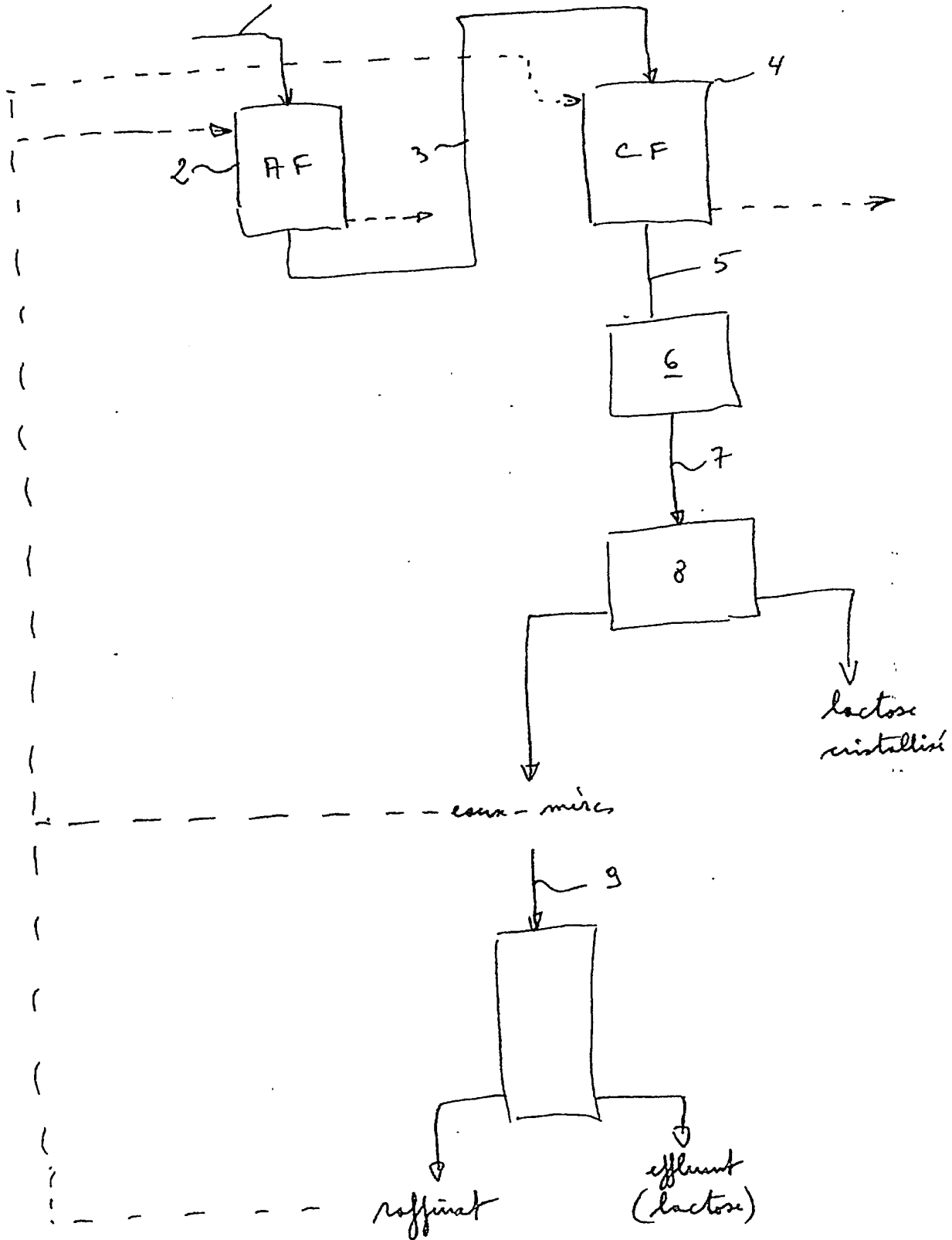


Figure unique

1/1

BEST AVAILABLE COPY

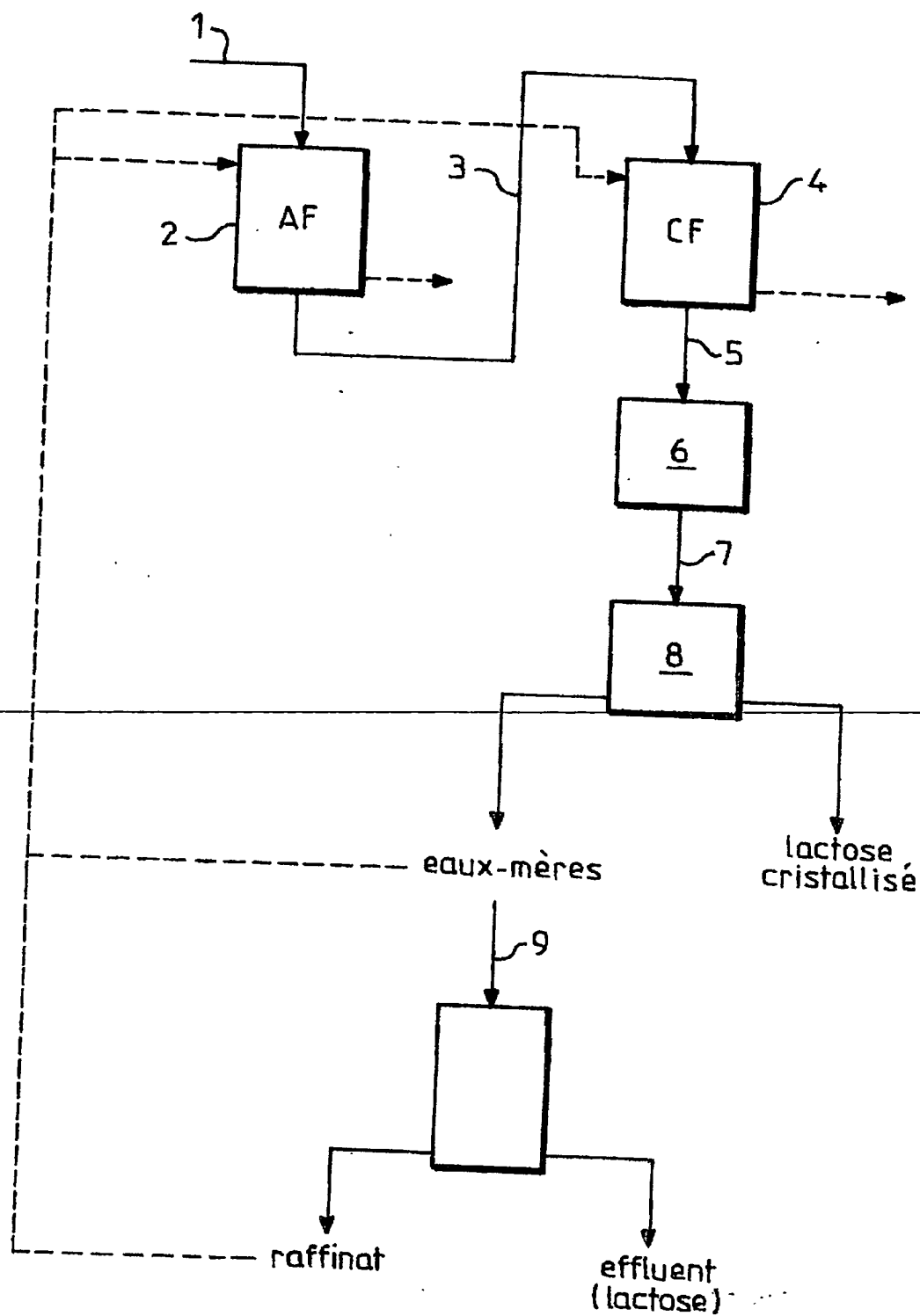


Figure unique

reçue le 25/09/02



BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



DÉPARTEMENT DES BREVETS

26 bis, rue de Saint Pétersbourg
75800 Paris Cedex 08

Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 93 59 30

DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° 1.. / 1..

(Si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 113 W / 260899

Vos références pour ce dossier (facultatif)		7063F	
N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL		0211046	
TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum) "Procédé de production de lactose à partir de lactosérum ou d'un perméat résultant de l'ultrafiltration de lactosérum"			
LE(S) DEMANDEUR(S) : CABINET MALEMONT - 42, avenue du Président Wilson - 75116 PARIS agissant en qualité de mandataire de : APPLEXION 264, avenue de la Mauldre 78680 EPONE France			
DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) : (Indiquez en haut à droite «Page N° 1/1» S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez un formulaire identique et numérotez chaque page en indiquant le nombre total de pages).			
Nom		THEOLEYRE	
Prénoms		Marc-André	
Adresse	Rue	14, rue Montecristo	
	Code postal et ville	75020	PARIS
Société d'appartenance (facultatif)			
Nom			
Prénoms			
Adresse	Rue		
	Code postal et ville		
Société d'appartenance (facultatif)			
Nom			
Prénoms			
Adresse	Rue		
	Code postal et ville		
Société d'appartenance (facultatif)			
DATE ET SIGNATURE(S) DU (DES) DEMANDEUR(S) OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire) Paris, le 6 septembre 2002 Jean-Paul Kédinger (92-1126)			

BEST AVAILABLE COPY

BEST AVAILABLE COPY

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'Informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire. Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.